

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-135361

(43)Date of publication of application : 24.05.1990

(51)Int.Cl.

G03G 5/06

(21)Application number : 63-287618

(71)Applicant : FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing : 16.11.1988

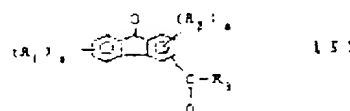
(72)Inventor : AKASAKI YUTAKA
NUKADA KATSUMI
SATO KATSUHIRO

(54) ELECTROPHOTOGRAPHIC SENSITIVE BODY

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain an electrophotographic sensitive body having superior electrophotographic characteristics by incorporating a specified compd. as charge transfer material of a photosensitive layer.

CONSTITUTION: A compd. expressed by the formula I is incorporated as charge transfer material of a photosensitive layer formed on an electroconductive base body. In the formula I, each R1 and R2 is an H atom, alkyl group, aryl group, alkoxycarbonyl group, aryloxycarbonyl group, nitro group, halogen atom, alkylcarbonyl group or arylcarbonyl group; R3 is a (substituted)aryl or N-contg. heterocyclic group; (m) is zero or 1; (n) is zero-2. Thus, an electrophotographic sensitive body having superior electrophotographic characteristics is obtd.





6
 7
 8
 9
 10
 11
 12
 13
 14
 15
 16
 17
 18
 19
 20
 21
 22
 23
 24
 25
 26
 27
 28
 29
 30
 31
 32
 33
 34
 35
 36
 37
 38
 39
 40
 41
 42
 43
 44
 45
 46
 47
 48
 49
 50
 51
 52
 53
 54
 55
 56
 57
 58
 59
 60
 61
 62
 63
 64
 65
 66
 67
 68
 69
 70
 71
 72
 73
 74
 75
 76
 77
 78
 79
 80
 81
 82
 83
 84
 85
 86
 87
 88
 89
 90
 91
 92
 93
 94
 95
 96
 97
 98
 99
 100
 101
 102
 103
 104
 105
 106
 107
 108
 109
 110
 111
 112
 113
 114
 115
 116
 117
 118
 119
 120
 121
 122
 123
 124
 125
 126
 127
 128
 129
 130
 131
 132
 133
 134
 135
 136
 137
 138
 139
 140
 141
 142
 143
 144
 145
 146
 147
 148
 149
 150
 151
 152
 153
 154
 155
 156
 157
 158
 159
 160
 161
 162
 163
 164
 165
 166
 167
 168
 169
 170
 171
 172
 173
 174
 175
 176
 177
 178
 179
 180
 181
 182
 183
 184
 185
 186
 187
 188
 189
 190
 191
 192
 193
 194
 195
 196
 197
 198
 199
 200
 201
 202
 203
 204
 205
 206
 207
 208
 209
 210
 211
 212
 213
 214
 215
 216
 217
 218
 219
 220
 221
 222
 223
 224
 225
 226
 227
 228
 229
 230
 231
 232
 233
 234
 235
 236
 237
 238
 239
 240
 241
 242
 243
 244
 245
 246
 247
 248
 249
 250
 251
 252
 253
 254
 255
 256
 257
 258
 259
 260
 261
 262
 263
 264
 265
 266
 267
 268
 269
 270
 271
 272
 273
 274
 275
 276
 277
 278
 279
 280
 281
 282
 283
 284
 285
 286
 287
 288
 289
 290
 291
 292
 293
 294
 295
 296
 297
 298
 299
 300
 301
 302
 303
 304
 305
 306
 307
 308
 309
 310
 311
 312
 313
 314
 315
 316
 317
 318
 319
 320
 321
 322
 323
 324
 325
 326
 327
 328
 329
 330
 331
 332
 333
 334
 335
 336
 337
 338
 339
 340
 341
 342
 343
 344
 345
 346
 347
 348
 349
 350
 351
 352
 353
 354
 355
 356
 357
 358
 359
 360
 361
 362
 363
 364
 365
 366
 367
 368
 369
 370
 371
 372
 373
 374
 375
 376
 377
 378
 379
 380
 381
 382
 383
 384
 385
 386
 387
 388
 389
 390
 391
 392
 393
 394
 395
 396
 397
 398
 399
 400
 401
 402
 403
 404
 405
 406
 407
 408
 409
 410
 411
 412
 413
 414
 415
 416
 417
 418
 419
 420
 421
 422
 423
 424
 425
 426
 427
 428
 429
 430
 431
 432
 433
 434
 435
 436
 437
 438
 439
 440
 441
 442
 443
 444
 445
 446
 447
 448
 449
 450
 451
 452
 453
 454
 455
 456
 457
 458
 459
 460
 461
 462
 463
 464
 465
 466
 467
 468
 469
 470
 471
 472
 473
 474
 475
 476
 477
 478
 479
 480
 481
 482
 483
 484
 485
 486
 487
 488
 489
 490
 491
 492
 493
 494
 495
 496
 497
 498
 499
 500
 501
 502
 503
 504
 505
 506
 507
 508
 509
 510
 511
 512
 513
 514
 515
 516
 517
 518
 519
 520
 521
 522
 523
 524
 525
 526
 527
 528
 529

(5) 公開特許公報(A) 平2-135361

⑤ Int. Cl. 5

Figure 1

市、区、县、局、处、科、室、所、站、队、组、村、户、人、民、群、众、

④公開 平成2年(1990)5月24日

G 03 G 5:06

319

6906-2H

(五) 介紹

[illegible]

REF ID: A63-287618

第 53(1988)11 月 16 日

◎発 明 者 赤 崎 豊 雄 新潟県新潟市佐和田180番地 富士ゼロックス株式会社
佐和田事業所内

[illegible]

⑥発 明 者 住 所 富 士 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社
竹松事業所内

発 行 人 富士ゼロックス株式会社 東京都港区赤坂3丁目3番5号

代理人 弁理士 渡部 剛

明 廷 書

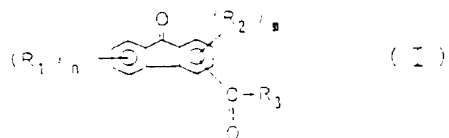
1 を示し、 n は $0 \sim 2$ を示す)

1. 発明の名称

陳其南

2. 模型

(1) 導電性支持体上に感光層を設けてなる電子写真感光体において、該感光層が、電荷輸送材として、下記一般式(1)で示される化合物を含むものであることを特徴とする電子写真感光体。



式(1)中、 R_1 、及び R_2 は、それぞれ水素原子、アルキル基、アリール基、アルコキシカルボニル基、アロキシルカルボニル基、ニトロ基、ハロゲン原子、アルキルカルボニル基又はアリールカルボニル基を示し、 R_3 は置換されていてもよいアリール基又は含窒素変換環基を示し、 m は0又は

3. 発明の詳細な説明

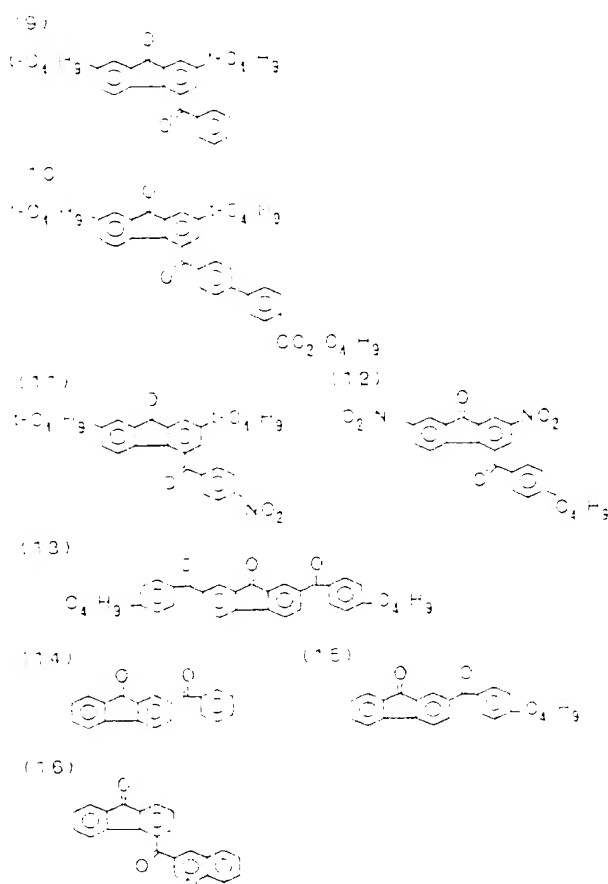
産業上の利用分野

本発明は、静電潜像を形成させるための電子写真感光体に関する。

将来の技術

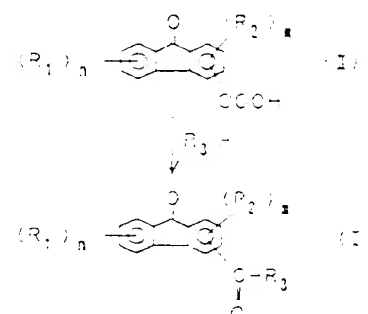
従来、有機光導電体を用いた電子写真感光体は、無公害、高生産性、低コスト等の利点があるため、種々研究されており、感光層に増感材としてジフェニルジシアノニチレン誘導体を用いたものも知られている（例えば、特開昭54-30834号公報参照）。

ところで有機光導電体のうち、可視光を吸収して電荷を発生する物質は、電荷保持力に乏しく、また、電荷保持力が良好で、安定性に優れた物質は、一般に可視光による光導電性がほとんど無いという欠点がある。この問題を解決するために、有機光導電体で可視光を吸収して電荷を発生する電荷発生材と、その電荷の貯蔵を行う電荷貯蔵材とを複



300ml を入れ、窒素気流下で5時間還流した後、塩化チオニルを減圧留去し、更に残渣に1,2-ジクロロエタン100mlを加えて減圧留去し、残留する塩化チオニルを除いた。生成した酸クロライドに、塩化メチレン200mlを加え、冷浴で-20℃に冷却し、塩化アルミニウム20.0g (150mmol)を加え、窒素気流下、15時間攪拌した。その後、n-ブチルベンゼン15.9g (113mmol)と塩化メチレン50mlよりなる溶液を30分間掛けて滴下した。滴下終了後、3時間そのまま攪拌を続け、次いで冷浴を除き、室温で20時間攪拌を続けた。更に7.5g (56.0mmol)を加え、2.5時間攪拌した後、氷150g上に投入し、20%水酸化カリウム溶液を水酸化アルミニウムが溶けるまで加え、有機層を分離した。水層を塩化メチレンで抽出し、得られた有機層を合わせて、溶剤を減圧留去した。残渣に5%水酸化カリウム200mlを加え、30℃で加熱して残留する酸クロライドを分解した後、生成物を塩化メチレンで抽出した。シリカゲルショートカラム（塩化メチレンで溶出）で精製し、溶媒を留去し

これらの化合物は、下記反応式で示すように、一般式(I)で示されるフルオレンカルボン酸を酸クロライド化し、一般式R₃Hで示される化合物と反応させることによって得ることができる。



(式中、R₁、R₂、R₃、m及びnは、上記の定義と同一である)

次に、上記化合物のうちの代表的なものについて合成例を示すが、本発明において使用するその他のフルオレン誘導体も下記の方法に準じて同様に合成することができる。

(合成例1) 例示化合物(3)の合成

500mlの三口フラスコに、9-フルオレン-4-カルボン酸25.0g (111mmol)及び塩化チオニル

100mlを入れ、窒素気流下で5時間還流した後、ヘキサン、続いて酢酸エチルで再結晶して例示化合物(3)13.8g (収率36.4%)を黄色粉末として得た。融点93~95℃。

(合成例2) 例示化合物(5)の合成

n-ブチルベンゼンの代わりにビフェニルを用いる以外は、合成例1におけると同様に処理して例示化合物(5)を黄色針状結晶として得た。融点154.5~156℃。

(合成例3) 例示化合物(7)の合成

n-ブチルベンゼンの代わりにペンチルビフェニルを用いる以外は、合成例1におけると同様に処理して目的のフルオレン化合物(例示化合物7)を淡黄色板状結晶として得た。融点151.5~153℃。

本発明の電子写真感光体において、導電性支持体としては、例えば、金属パイプ、金属板、金属シート、金属箔、導電処理を施した高分子フィルム、Al等の金属の蒸着層を設けた高分子フィルム、SnO₂等の金属酸化物、第4級アンモニウム塩等により被覆された高分子フィルム又は紙等

が用いられる。

本発明の電子写真感光体において、導電性支持体上には、感光層が設けられるが、感光層は単層構造のものでもよく、又、電荷発生層と電荷輸送層とに機能分離された積層構造のものでもよい。

感光層が単層構造の場合には、例えば、ポリビニルカルバゾール等の公知の材料から構成された感光層中に上記一般式(I)で示される化合物を増感材として含有させたもの、又は公知の電荷発生材を含む結着樹脂層中に上記一般式(I)で示される化合物を電子輸送材として含有させたものなどが挙げられる。

一方、感光層が積層構造の場合において、電荷発生層は、例えば、電荷発生材を導電性支持体上に蒸着して得られたものでもよく、又、電荷発生材と結着樹脂とを主成分とする塗布液を塗布することによって形成されたものでもよい。

電荷発生材及び結着樹脂としては、公知のものならば、どのようなものでも使用できる。例えば、電荷発生材としては、 tri-Se などの無機半

導体、ポリビニルカルバゾール等の有機半導体、ビスアゾ系化合物、トリスアゾ系化合物、フタロシアニン類、ビリリウム化合物、スクエアリウム化合物等の有機顔料が使用でき、又、結着樹脂としては、ポリスチレン、シリコーン樹脂、ポリカーボネート樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、ポリエステル、ビニル系重合体、セルロース類、アルキッド樹脂等が使用できる。

電荷発生層の膜厚は、 $0.05 \sim 10 \mu\text{m}$ 程度に設定される。

電荷発生層の上には電荷輸送層が形成される。この電荷輸送層は、上記一般式(I)で示される化合物と結着樹脂とより構成されるものであって、上記一般式(I)で示される化合物、結着樹脂及び適当な溶媒を主成分とする塗布液を、アプリケーション、バーコータ、ディップコータ等により、電荷発生層上に塗布することによって形成される。この場合、上記一般式(I)で示される化合物と結着樹脂との混合比は、 $1 : 20 \sim 20 : 1$ 程度に設定される。

電荷輸送層に用いる結着樹脂としては、公知のものならば、どのようなものでも使用できる。例えば、スチレン-ブタジエン共重合体、ビニルトルエン-スチレン共重合体、スチレン変性アルキッド樹脂、シリコーン変性アルキッド樹脂、大豆油変性アルキッド樹脂、塩化ビニル-塩化ビニル共重合体、ポリビニルブチラール、ニトロ化ポリスチレン、ポリメチルスチレン、ポリイソブチレン、ポリエステル、フェノール樹脂、ケトン樹脂、ポリアミド、ポリカーボネート、ポリチオカーボネート、ポリビニルハロアクリレート、酢酸ビニル系樹脂、ポリスチレン、ポリビニルアクリレート、ポリスルホン、ポリメタクリレート等があげられる。また、電荷輸送層に電子供与性物質を添加してもよい。

電荷輸送層の膜厚は、 $2 \sim 100 \mu\text{m}$ 程度に設定される。

なお、本発明の電子写真感光体においては、導電性支持体の上に、障壁層を設けてもよい。障壁層は、導電性支持体からの不必要な電荷の注入を

阻止するために有効であり、画質を向上させる作用がある。障壁層を構成する材料としては、酸化アルミニウム等の金属酸化物あるいはアクリル樹脂、フェノール樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン等があげられる。

実施例

以下、本発明を実施例によって説明する。

実施例1

導電性基板上に、三方晶系セレン/ポリビニルカルバゾール(三方晶系セレン:7容量%)からなる電荷発生層($2.5 \mu\text{m}$)を設け、その上に、例示化合物(3)0.5g及びビスフェノールAポリカーボネート(マクロロン5705)0.75gを塩化メチレン7gに溶解した溶液を、湿潤時のギャップ5ミルで塗布し、 80°C で1時間乾燥して、電子写真感光体を作成した。この電子写真感光体について、静電複写紙試験装置(SP428、川口電機製作所特製)を用いて+800V及び-800Vに帯電し、5ルクスの白色光を露光し、感度(dV/dt)を測定した。結果は次の通りであった。

帯電電位	+300V	-300V
初期感度	530	-
(V/sec)		

実施例2～7

例示化合物(3)の代わりに、例示化合物(5)、(7)、(10)、(11)、(12)、及び(15)を用いた以外は、実施例1と同様にして電子写真感光体を作成し、同様に感度を測定した。結果を第1表に示す。

比較例1

例示化合物(3)の代わりに2,4,7-トリニトロフルオロン(TNF)を用いた以外は、実施例1におけると同様にして電子写真感光体を作成し、同様にして感度を測定した。結果を第1表に示す。

以下余白

帯電電位	+800V	-800V
初期感度	465	177
(V/sec)		

実施例9～14

例示化合物(3)の代わりに、例示化合物(5)、(7)、(10)、(11)、(12)、及び(15)を用いた以外は、実施例8と同様にして電子写真感光体を作成し、同様に感度を測定した。結果を第2表に示す。

比較例2

例示化合物(3)の代わりに2,4,7-トリニトロフルオロン(TNF)を用いた以外は、実施例8におけると同様にして電子写真感光体を作成し、同様にして感度を測定した。結果を第2表に示す。

以下余白

第1表

	添加化合物	初期感度	
		+800V	-800V
実施例 2	(5)	295	-
〃 3	(7)	325	-
〃 4	(10)	350	-
〃 5	(11)	431	-
〃 6	(12)	354	-
〃 7	(15)	205	-
比較例 1	TNF	65	-

実施例8

導電性基板上に、例示化合物(3) 0.5g、ポリビニルカルバゾール0.75gを、塩化メチレン7gに溶かした溶液を、湿潤時のギャップ5ミルで塗布し、80℃で1時間乾燥して、電子写真感光体を作成した。これらの電子写真感光体について、静電複写紙試験装置(SP423、川口電機製作所製)を用いて+800V及び-800Vに帯電し、5ルクスの白色光を露光し、感度(dV/dI)を測定した。結果は次の通りであった。

第2表

	添加化合物	初期感度	
		+800V	-800V
実施例 9	(5)	313	179
〃 10	(7)	354	175
〃 11	(10)	452	185
〃 12	(11)	426	161
〃 13	(12)	308	155
〃 14	(15)	254	163
比較例 2	TNF	154	165

発明の効果

上記実施例と比較例の比較から明らかなように、本発明において用いる上記一般式(1)で示される化合物は、従来比較的優れたものとして知られているTNFよりも優れた電子輸送性を示し、したがって、このものを用いた電子写真感光体は、優れた電子写真特性を示す。特に、積層型の電子写真感光体の電荷輸送層において電荷輸送材として用いた場合には、優れた電子写真特性を示す正帯電型の電子写真感光体が得られる。

